МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
5208—
2013**

СПИРТ БУТИЛОВЫЙ НОРМАЛЬНЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0–92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ») и ЗАО «СИБУР Холдинг»

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 527 «Химия»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 27 сентября 2013 г № 59-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004-97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	ГосстандартРеспублики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Министерство экономического развития и торговли Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 № 1837-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 5208–2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2015 г

5 ВЗАМЕН ГОСТ 5208 – 81

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячных информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомления и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2014

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СПИРТ БУТИЛОВЫЙ НОРМАЛЬНЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ

Технические условия

Technical normal butyl alcohol. Specifications

Дата введения — 2015—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на технический нормальный бутиловый спирт (*н*-бутанол) (далее – бутиловый спирт), получаемый оксосинтезом, альдолизацией ацетальдегида, брожением и предназначенный для использования в качестве растворителя в лакокрасочной промышленности, а также для синтеза различных органических продуктов, производства реактивов и т. п.

Формула: C_4H_9OH.

Относительная молекулярная масса (по международным атомным массам 2011 г.) – 74,12.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.011—78 Система безопасности труда. Смеси взрывоопасные. Классификации и методы испытаний*

ГОСТ 12.1.018—93 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 12.4.121—83 Система стандартов безопасности труда. Противогазы промышленные фильтрующие. Технические условия

ГОСТ 17.2.3.02—78 Охрана природы. Атмосфера. Правила установления допустимых выбросов вредных веществ промышленными предприятиями

ГОСТ 427—75 Линейки измерительные металлические. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

* На территории Российской Федерации действуют ГОСТ Р 51330.5–99 (МЭК 60079-4 75) «Электрооборудование взрывозащищенное. Часть 4. Метод определения температуры самовоспламенения» и ГОСТ Р 51330.11–99 (МЭК 60079-12 78) «Электрооборудование взрывозащищенное. Часть 12. Классификация смесей газов и паров с воздухом по безопасным экспериментальным максимальным зазорам и минимальным воспламеняющим токам».

Издание официальное

ГОСТ 2517—85 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб
ГОСТ 3022—80 Водород технический. Технические условия
ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия
ГОСТ 4160—74 Реактивы. Калий бромистый. Технические условия
ГОСТ 4232—74 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия
ГОСТ 4328—77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
ГОСТ 4457—74 Реактивы. Калий бромновато-кислый. Технические условия
ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов
ГОСТ 4919.2—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления буферных растворов
ГОСТ 5456—79 Реактивы. Гидроксиламина гидрохлорид. Технические условия
ГОСТ 6247—79 Бочки стальные сварные с обручами катания на корпусе. Технические условия
ГОСТ 6613—86 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия
ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
ГОСТ 9293—74 (ИСО 2435-73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия
ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия
ГОСТ 10163—76 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия
ГОСТ 13950—91 Бочки стальные сварные и закатные с гофрами на корпусе. Технические условия
ГОСТ 14192—96 Маркировка грузов
ГОСТ 14870—77 Продукты химические. Методы определения воды
ГОСТ 14871—76 Реактивы. Методы определения цветности жидких химических реактивов и растворов реактивов
ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия
ГОСТ 18677—73 Пломбы. Конструкция и размеры
ГОСТ 18995.1—73 Продукты химические жидкие. Методы определения плотности
ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия
ГОСТ 21650—76 Средства скрепления тарно-штучных грузов в транспортных пакетах. Общие требования
ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования*
ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
ГОСТ 25706—83 Лупы. Типы, основные параметры. Общие технические требования
ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования
ГОСТ 25794.2—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для окислительно-восстановительного титрования
ГОСТ 26319—84 Грузы опасные. Упаковка
ГОСТ 27068—86 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия
ГОСТ 27025—86 Реактивы. Общие указания по проведению испытаний
ГОСТ 29169—91 (ИСО 648-77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой
ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1-84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования
ГОСТ 31340—2007 Предупредительная маркировка химической продукции. Общие требования

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228–2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания»

3 Технические требования

1.1 Бутиловый спирт изготовляют в соответствии с требованиями настоящего стандарта по технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

1.2 В зависимости от способа получения бутиловый спирт подразделяют на синтетический спирт, получаемый оксосинтезом и альдолизацией ацетальдегида (марка А), и спирт, получаемый брожением (марка Б).

3.3 Характеристики

По физико-химическим показателям бутиловый спирт должен соответствовать нормам, указанным в таблице 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Норма				Метод анализа
	Марка А		Марка Б		
	Высший сорт	Первый сорт	Высший сорт	Первый сорт	
1 Цветность по платиново-кобальтовой шкале, ед. Хазена, не более	10	10	10	10	По ГОСТ 14871 и 7.3 настоящего стандарта
2 Плотность при 20 °С, г/см^3	0,809–0,811	0,809–0,811	0,809–0,811	0,809–0,811	По ГОСТ 18995.1 или стандарту [1]
3 Массовая доля бутилового спирта, %, не менее	99,4	99,0	99,5	99,2	По 7.4
4 Массовая доля кислот в пересчете на уксусную кислоту, %, не более	0,003	0,005	0,003	0,003	По 7.5
5 Бромное число, г на 100 г спирта, не более	0,02	0,05	0,3	0,5	По 7.6
6 Массовая доля карбонильных соединений в пересчете на масляный альдегид, %, не более	0,06	0,10	0,05	0,07	По 7.7
7 Массовая доля нелетучего остатка, %, не более	0,0025	0,0025	0,002	0,002	По 7.8
8 Массовая доля воды, %, не более	0,1	0,2	0,1	0,4	По ГОСТ 14870, раздел 2 и 7.9 настоящего стандарта

3.4 Маркировка

3.4.1 При маркировке должны быть соблюдены нормы законодательства, действующего в каждом из государств—участников Соглашения и устанавливающего порядок маркирования продукции информацией на государственном языке.

3.4.2 Транспортная маркировка – по ГОСТ 14192 с указанием манипуляционного знака «Беречь от солнечных лучей», а также в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на соответствующем виде транспорта.

3.4.3 Каждая грузовая единица согласно правилам [2] должна иметь маркировку, характеризующую степень опасности груза:

класс опасности – 3;

классификационный шифр – 3013;

знак опасности – № 3;

номер ООН – 1120;

транспортное наименование: БУТАНОЛЫ;

номер аварийной карточки – 306 (при транспортировании по железной дороге).

Маркировка, характеризующая упакованную продукцию, должна соответствовать требованиям законодательства страны-изготовителя, страны импортера и содержать:

- наименование продукта, марку, сорт;
- наименование страны изготовителя;
- наименование предприятия-изготовителя, его товарный знак и юридический адрес;
- номер партии и дату изготовления;
- массу нетто;
- обозначение настоящего стандарта.

3.4.4 Допускается по согласованию с потребителем не наносить номер партии и дату изготовления при условии указания их в документе о качестве. Способ нанесения маркировки - по ГОСТ 14192.

3.4.5 Маркировка упакованного бутилового спирта, предназначенного для экспорта, должна соответствовать требованиям договора (контракта), ГОСТ 14192, настоящего стандарта и правилам перевозки опасных грузов на соответствующем виде транспорта в международном грузовом сообщении.

3.4.6 Предупредительная маркировка – в соответствии с ГОСТ 31340.

3.5 Упаковка

3.5.1 Упаковка бутилового спирта должна соответствовать требованиям ГОСТ 26319.

Бутиловый спирт упаковывают в транспортную тару: бочки по ГОСТ 6247, тип I или ГОСТ 13950, тип I.

Бочки должны быть герметично укупорены и опломбированы металлической пломбой по ГОСТ 18677.

4 Требования безопасности

4.1 По степени воздействия на организм бутиловый спирт относится к умеренно опасным веществам (3-й класс опасности по ГОСТ 12.1.007).

4.2 Предельно допустимая концентрация (ПДК) бутилового спирта в воздухе рабочей зоны – 10 мг/м^3 по ГОСТ 12.1.005. Предельно допустимая максимально разовая концентрация бутилового спирта в воздухе рабочей зоны – 30 мг/м^3, среднесменная – 10 мг/м^3*.

4.3 Пары бутилового спирта вызывают раздражение глаз и слизистых оболочек дыхательных путей. При попадании на кожу бутиловый спирт вызывает раздражение.

4.4 При работе с бутиловым спиртом должны применяться герметичные аппараты, оборудование и герметичная транспортная тара.

4.5 Помещения, в которых проводят работы с бутиловым спиртом, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021, обеспечивающей содержание вредных веществ в концентрации не выше предельно допустимой.

4.6 Бутиловый спирт – легковоспламеняющаяся жидкость.

Температура вспышки в закрытом тигле – 35 °С.

Температура самовоспламенения – 340 °С.

Концентрационные пределы воспламенения паров в смеси с воздухом при 100 °С, % (по объему):

- нижний –1,8;
- верхний –10,9.

Температурные пределы воспламенения, °С:

нижний –34;

верхний –67.

Категория и группа взрывоопасности — II А-Т2 по ГОСТ 12.1.011.

4.7 При сливо-наливных операциях следует строго соблюдать правила защиты от статического электричества в химической, нефтехимической и нефтеперерабатывающей промышленности.

4.8 В помещениях для хранения и применения бутилового спирта запрещается обращение с открытым огнем, а также использование инструментов, дающих при ударе искру. Электрооборудование и искусственное освещение должны быть выполнены во взрывобезопасном исполнении в соответствии с ГОСТ 12.1.018.

---

* Перечень нормативных документов, действующих в Российской Федерации, представлен в приложении А.

В соответствии с требованиями пожарной безопасности по совместному хранению материалов и веществ (см. ГОСТ 12.1.004, приложение 7) бутиловый спирт относится к разряду опасных веществ категории 331.

4.9 При работе с бутиловым спиртом применяют следующие средства индивидуальной защиты: промышленный фильтрующий противогаз марки А по ГОСТ 12.4.121 или с комбинированным фильтром ДОТ, очки защитные герметичные типа ПО-2.

4.10 Для тушения горящего бутилового спирта следует использовать распыленную воду, воздушно-механическую пену, порошки общего назначения и универсальные порошки специального назначения.

4.11 При разливе бутилового спирта его убирают, посыпая место разлива песком. Пропитанный бутиловым спиртом песок выносят в специально отведенное место. Остатки продукта смывают водой.

Работы по уборке следует проводить при включенной вентиляции с применением фильтрующего противогаза.

5 Требования охраны окружающей среды

5.1 ПДК бутилового спирта в воде водоемов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового назначения – 0,1 мг/л. Лимитирующий показатель вредности – санитарно-токсикологический, класс опасности – 2*.

5.2 ПДК бутилового спирта в воде водоемов рыбохозяйственного назначения – 0,03 мг/дм^3. Лимитирующий показатель вредности – токсикологический, класс опасности – 3*.

5.3 С целью охраны окружающей среды от загрязнений сточными водами должен быть организован производственный экологический контроль за соблюдением установленных нормативов предельно допустимой концентрации загрязняющих веществ в сточных водах.

Правила установления нормативов предельно допустимой концентрации загрязняющих веществ в сточных водах и контроль за их соблюдением осуществляются в порядке, установленном нормативно-правовыми актами страны-изготовителя

5.4 ПДК паров бутилового спирта в атмосферном воздухе населенных мест – 0,1 мг/м^3. Лимитирующий показатель вредности – рефлекторный, класс опасности – 3*.

5.5 С целью охраны атмосферного воздуха от загрязнений выбросами вредных веществ должен быть организован контроль за соблюдением нормативов выбросов загрязняющих веществ в атмосферный воздух.

Правила установления допустимых выбросов в атмосферу и контроль за их соблюдением – по ГОСТ 17.2.3.02.

5.6 Размещение, хранение и обезвреживание отходов, образующихся в процессе производства, при очистке оборудования, транспортных средств, осуществляется в порядке, установленном нормативно-правовыми актами в области обращения с отходами производства и потребления*.

6 Правила приемки

6.1 Бутиловый спирт принимают партиями. Партией считают любое количество бутилового спирта, однородного по своим качественным показателям, сопровождаемое одним документом о качестве.

При отгрузке бутилового спирта в цистернах и автоцистернах за партию принимают каждую цистерну.

Документ о качестве должен содержать:

- наименование предприятия-изготовителя и его товарный знак;
- наименование продукта, его марку и сорт;
- номер партии;
- массу нетто партии;
- количество мест в партии;
- дату изготовления продукта;
- номер документа о качестве;
- дату выдачи документа о качестве;

---

* Перечень нормативных документов, действующих в Российской Федерации, представлен в приложении А.

- результаты проведенного анализа или подтверждение о соответствии качества продукта требованиям настоящего стандарта;
- обозначение настоящего стандарта.

На предприятии-изготовителе допускается за партию продукта принимать содержимое одного товарного резервуара, из которого отбирают пробу для анализа.

1.2 Объем выборки бутилового спирта, упакованного в транспортную тару, – 10 % от партии, но не менее трех упаковочных единиц. При отгрузке бутилового спирта в цистернах и автоцистернах проверке подвергают каждую цистерну.

1.3 При получении неудовлетворительных результатов анализа хотя бы по одному из показателей по нему проводят повторный анализ пробы, отобранной от удвоенной выборки той же партии или удвоенного количества пробы из цистерны. Результаты повторного анализа распространяют на всю партию.

7 Методы анализа

7.1 Отбор проб

7.1.1 Пробы бутилового спирта отбирают по ГОСТ 2517.

7.1.2 Отобранные точечные пробы соединяют вместе, тщательно перемешивают. Полученную объединенную пробу не менее 1 $дм^3$ делят на две равные части. Одну часть пробы анализируют, другую – помещают в чистую сухую склянку, плотно закупоривают пробкой из материала, не растворяющегося в бутиловом спирте, и пломбируют. На склянку наклеивают этикетку с обозначением: наименования продукта, даты изготовления, обозначения настоящего стандарта, номера партии, даты и места отбора пробы, должности и подписи лица, отобравшего пробу.

7.2 Общие указания

7.1.1 Общие указания по проведению анализа – по ГОСТ 27025.

7.1.2 Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по качеству не ниже, указанных в настоящем стандарте.

7.1.3 Допускается применять другие методы анализа, обеспечивающие требуемую точность и достоверность результатов определения. Применяемые методики должны быть аттестованы в установленном порядке.

При разногласиях в оценке качества продукта анализ проводят методами, указанными в настоящем стандарте, с применением средств измерений, оборудования и реактивов, предусмотренных этими методами.

7.1.4 При разногласиях в оценке плотности определение проводят по стандарту [1].

7.1.5 Результаты определения округляют до того количества значащих цифр, которому соответствует норма по данному показателю.

7.1.6 По согласованию с потребителем допускается округлять результаты определения до количества значащих цифр, установленных требованиями договора (контракта).

7.1.7 Все применяемые средства измерений должны быть поверены, испытательное оборудование – аттестовано.

7.3 Определение цветности бутилового спирта

Цветность бутилового спирта определяют по ГОСТ 14871 по платиново-кобальтовой шкале или на автоматическом колориметре для определения цветности по платиново-кобальтовой шкале.

7.4 Определение массовой доли бутилового спирта

Массовую долю бутилового спирта рассчитывают, вычитая из 100 % сумму массовых долей примесей, определяемых методом газожидкостной хроматографии с применением внутреннего эталона и массовую долю воды в процентах.

7.4.1 Аппаратура и реактивы

Хроматограф газовый с пламенноионизационным детектором или аппартно-хроматографический комплекс, оснащенный блоком управления хроматографом и блоком обработки хроматографической информации с программным обеспечением.

Микрошприц.

Колонки хроматографические:

- насадочные: диаметром 3–4 мм и длиной 3–6 м;
- капиллярные: внутренним диаметром 0,25–0,50 мм, длиной 25–50 м, толщиной слоя 0,25 – 1,40 мкм.

Носитель твердый – динохром-Н или хроматрон-N, или сферохром-2, или хромосорб-W, или пролит с частицами размером 0,160–0,200 или 0,200–0,315 мм.

Фаза неподвижная – полиэтиленгликоль (ПЭГ) марки М 1500-2000 или полиэтиленгликольадипинат, или 1,2,3 – трицианэтоксипропан, или полиэтиленгликоль (ПЭГ) марки М-20000, или полиэтиленгликоль Carbowax 20 М, терминированный 2-нитротерефталевой кислотой (FFAP).

Газ-носитель — гелий или азот по ГОСТ 9293 или аргон по ГОСТ 10157.

Воздух сжатый для питания приборов.

Водород технический по ГОСТ 3022.

Хлороформ технический по ГОСТ 20015 или хлороформ фармакопейный.

Эталон внутренний — *н*-амиловый спирт с массовой долей основного вещества не менее 98 % или бутанол-2 с массовой долей основного вещества не менее 98 %.

Шкаф сушильный, с температурой нагрева до 300 °С.

Линейка измерительная металлическая по ГОСТ 427.

Лупа измерительная по ГОСТ 25706.

Интегратор.

Посуда фарфоровая лабораторная по ГОСТ 9147.

Набор сит с сетками по ГОСТ 6613.

Баня водяная.

Весы лабораторные 2-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

7.4.2 Подготовка к анализу

7.4.2.1 Проверка чистоты *н*-амилового спирта

Массовую долю основного вещества в *н*-амиловом спирте проверяют по данной методике с обсчетом хроматограммы методом нормализации и учетом содержания воды.

7.4.2.2 Приготовление насадки

Твердый носитель просушивают в сушильном шкафу при 150 °С — 160 °С в течение 5—6 ч, охлаждают и просеивают через сито, отбирая фракцию с частицами размером 0,160—0,200 или 0,200—0,315 мм.

5 — 10 г неподвижной фазы растворяют в 150 – 200 $см^3$ хлороформа и тщательно перемешивают. Затем 40 — 45 г твердого носителя вносят в раствор. Растворитель выпаривают на водяной бане при 60 °С — 80 °С при непрерывном перемешивании.

Колонку заполняют насадкой при легком постукивании, помещают в термостат хроматографа и, не присоединяя к детектору, стабилизируют, продувая газом-носителем с объемным расходом 50—70 $см^3$/мин при медленном подъеме температуры до (150 ± 5) °С в течение не менее 2 ч. Хроматографическая колонка может входить в комплект поставки и устанавливаться непосредственно в хроматограф на предприятии-изготовителе.

Насадку выдерживают при 150 °С до стабилизации нулевой линии при максимальной чувствительности прибора, но не менее 12 ч.

Вывод газового хроматографа на рабочий режим осуществляют в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

Условия хроматографического разделения и параметры детектирующей системы должны обеспечивать определение примесей при их массовой доле в продукте 0,01 %.

7.4.2.3 Режим работы хроматографа:

длина колонки, м	3—6
внутренний диаметр колонки, мм	3—4
температура термостата, °С	80—90
температура испарителя, °С	130—150
объемный расход газа-носителя, $см^3$/мин	30—60
объем пробы, $мм^3$	0,5—4,0
скорость движения диаграммной ленты, мм/ч	200—240

При использовании других типов хроматографов условия проведения анализа должны быть подобраны с учетом особенностей прибора. При этом степень разделения компонентов должна быть не хуже, чем на типовых хроматограммах.

В качестве внутреннего эталона применяют *н*-амиловый спирт или бутанол-2. При их наличии в продукте в виде примесей необходимо снять две хроматограммы с введением внутреннего эталона и без него.

Хроматограмму снимают при наивысшей чувствительности регистрирующей шкалы самописца.

7.4.3 Проведение анализа

В анализируемую пробу, взвешенную с погрешностью не более 0,0002 г, добавляют 0,5 % – 1,5 % внутреннего эталона, тщательно перемешивают и вводят установленный объем микрошприцем в испаритель хроматографа.

Порядок выхода компонентов и относительное время удерживания указаны на хроматограмме (рисунки 1—3) и в таблице 2.*1* — *н*-масляный альдегид; *2* — неидентифицированные компоненты; *3* — дибутиловый эфир; *4* — изобутанол, кротоновый альдегид, бутилацетат; *5* — н-бутанол; *6* — *н*-амиловый спирт (7)

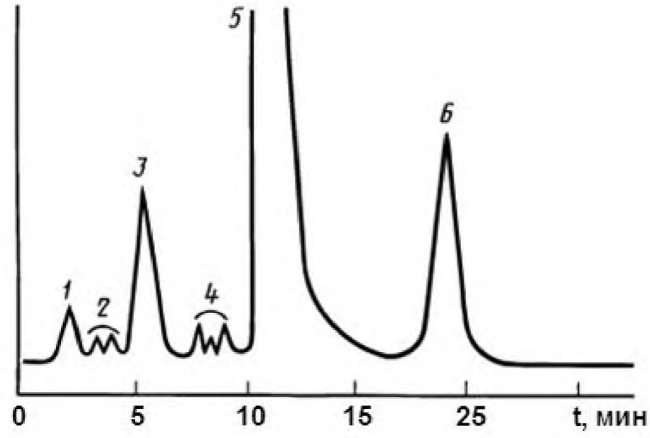
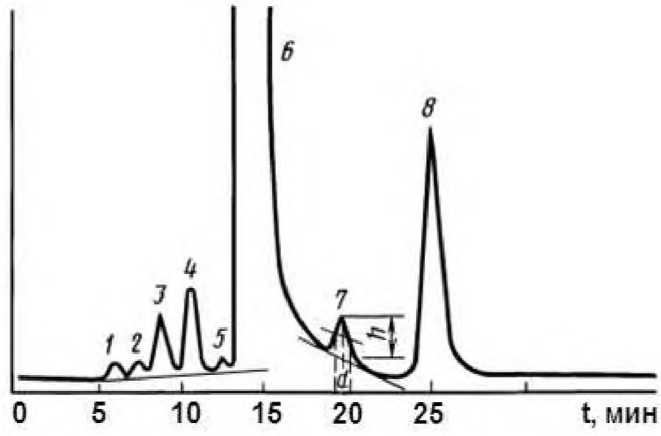
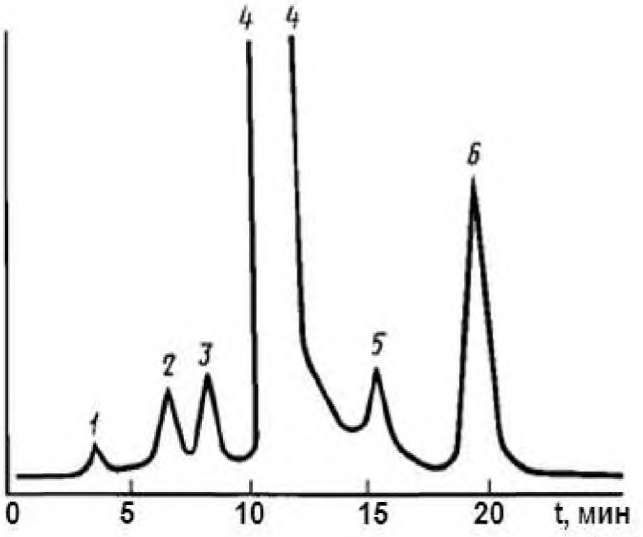


Рисунок 1 - Типовая хроматограмма н-бутанола, получаемого методом альдолизации ацетальдегида



1 — дибутиловый эфир; 2 — н-бутилформиат; 3, 5 — неидентифицированные компоненты; 4 — изобутанол; 6 — н-бутанол; 7 — изоамиловый спирт; 8 — н-амиловый спирт.

Рисунок 2 - Типовая хроматограмма н-бутанола, получаемого методом оксосинтеза



1, 3 — неидентифицированные компоненты; 2 — н-пропанол; 4 — н-бутанол; 5 — изоамиловый спирт; 6 — н-амиловый спирт

Рисунок 3 - Типовая хроматограмма н-бутанола, получаемого методом брожения

Таблица 2

Компонент	Относительное время удерживания, усл. ед
Ацетон	0,13-0,14
н-Масляный альдегид	0,16-0,17
Этилацетат	0,16-0,17
Этанол	0,19-0,20
Дибутиловый эфир	0,21-0,23
н-Бутилформиат	0,29-0,32
н-Пропанол	0,29-0,32
Бутанол-2	0,29-0,32
Кротоновый альдегид	0,40-0,41
Изобутанол	0,40-0,42
Бутилацетат	0,41-0,42
н-Бутанол	0,60-0,62
Изоамиловый спирт	0,71-0,80
н-Амиловый спирт	1,0

7.4.4 Обработка результатов

На хроматограмме измеряют площади пиков внутреннего эталона и всех примесей.

Площадь пика S, мм^2, вычисляют по формуле

$$S = h \cdot \mu_{0,5h}, \quad (1)$$

где h — высота пика, мм;

$\mu_{0,5h}$ — ширина пика, измеренная на середине его высоты, мм.

При этом принимают во внимание ширину линии, очерчивающей пик.

Измерение ширины пика проводят от внешней линии правой стороны до внутренней линии левой стороны пика измерительной лупой.

Высота пика примесей соответствует отрезку от нулевой линии хроматограммы до вершины пика. Высоту измеряют линейкой.

Допускается определять площадь пика с помощью интегратора.

Сумму массовых долей примесей $\sum X$, %, вычисляют по формуле

$$\sum X = \frac{b\, X_{эт} \sum S}{S_{эт}}, \qquad (2)$$

где b — отношение массы навески внутреннего эталона к массе навески анализируемого продукта;

$X_{эт}$ — массовая доля основного вещества во внутреннем эталоне, %;

$\sum S$ — сумма площадей пиков примесей, мм^2.

$S_{эт}$ — площадь пика внутреннего эталона, мм^2;

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 5 % от среднего результата определяемого значения при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Массовую долю бутилового спирта X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = 100 - (\sum X + X_в), \qquad (3)$$

где $X_в$ — массовая доля воды в бутиловом спирте, определяемая по 7.9, %.

7.5 Определение массовой доли кислот в пересчете на уксусную кислоту

Метод заключается в титровании анализируемой пробы раствором гидроокиси натрия в присутствии в качестве индикатора фенолфталеина.

7.5.1 Посуда, реактивы и растворы

Пипетка 2-2-50 по ГОСТ 29169.

Колба Кн-2-250-34 ТС по ГОСТ 25336.

Бюретка 1-3-2-10-0,05 или 1-3-2-5-0,02 по ГОСТ 29251.

Цилиндры 1(3)-25-2 и 1(3)-50-2 по ГОСТ 1770.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации с(NaOH)=0,01 моль/дм^3 (0,01 н.); готовят по ГОСТ 25794.1. Коэффициент поправки устанавливают по Т 25794.1.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 высшего сорта.

Фенолфталеин, спиртовой раствор с массовой долей 1 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается использовать автоматический титратор, обеспечивающий правильность проведения испытаний и точность измерения результатов.

7.5.2 Проведение анализа

50 см^3 анализируемого бутилового спирта помещают пипеткой в коническую колбу, затем прибавляют 25 см^3 этилового спирта, нейтрализованного в присутствии фенолфталеина раствором гидроокиси натрия, и две капли раствора фенолфталеина. Содержимое колбы тщательно перемешивают и титруют из бюретки раствором гидроокиси натрия до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 30 с.

7.5.3 Обработка результатов

Массовую долю кислот в пересчете на уксусную кислоту X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{V\, K\, 0{,}0006 \cdot 100}{50\, \rho}, \qquad (4)$$

где V – объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c(NaOH) = 0,01 моль/дм^3 (0,01 н.), израсходованный на титрование, см^3;

K – коэффициент поправки раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c(NaOH) = 0,01 моль/дм^3 (0,01 н.);

0,0006 – масса уксусной кислоты, соответствующая 1 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно c(NaOH) = 0,01 моль/дм^3, г.

50 – объем бутилового спирта, взятый для определения, см^3;

ρ - плотность бутилового спирта, определяемая по ГОСТ 18995.1, г/см^3;

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 5 % от среднего результата определяемого значения при доверительной вероятности P = 0,95

7.6 Определение бромного числа

Метод заключается во взаимодействии брома с ненасыщенными примесями, содержащимися в анализируемой пробе, и определении их титрованием избытка брома.

7.6.1 Посуда, реактивы и растворы

Пипетки 1-2-2, 2-2-5(25) по ГОСТ 29169.

Бюретка 1-3-2-10-0,05 или 1-3-2-5-0,02 по ГОСТ 29251 или поверенные бюретки импортного производства, обеспечивающие точность измерения.

Колба Кн-1-100(250)-19/26 ТС по ГОСТ 25336.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, раствор с массовой долей 5 %.

Калий бромноватокислый по ГОСТ 4457.

Калий бромистый по ГОСТ 4160.

Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068, раствор молярной концентрации $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O)$ = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2. Коэффициент поправки устанавливают по ГОСТ 25794.2.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163, раствор с массовой долей 0,5 %; готовят по ГОСТ 4919.1.

Раствор бромноватокислый (бромид-броматный) молярной концентрации $c(1/6\ KBrO_3)$ = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.); готовят по ГОСТ 25794.2. Коэффициент поправки устанавливают по ГОСТ 25794.2.

Допускается использовать автоматический титратор, обеспечивающий правильность проведения испытаний и точность измерения результатов.

7.6.2 Проведение анализа

25 см^3 бутилового спирта вносят пипеткой в коническую колбу, добавляют 2 см^3 соляной кислоты и охлаждают содержимое колбы в воде со льдом в течение 5 мин. Затем приливают из бюретки при перемешивании бромид-броматный раствор до появления неисчезающей желтой окраски и добавляют 1 см^3 бромид-броматного раствора. Колбу плотно закрывают пробкой и охлаждают 3 мин в темном месте.

После этого добавляют в колбу 5 см^3 раствора йодистого калия, закрывают пробкой, оставляют в покое в течение 3 мин и титруют из бюретки выделившийся йод раствором серноватистокислого натрия до обесцвечивания.

7.6.3 Обработка результатов

Бромное число X_3, г брома на 100 г бутилового спирта, вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(V_1 K_1 - V_2 K_2)\ 0{,}008 \cdot 100}{25\ \rho}, \qquad (5)$$

где V_1 – объем бромид-броматного раствора молярной концентрации $c(1/6\ KBrO_3)$= 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), израсходованный на титрование, см^3;

K_1 – коэффициент поправки бромид-броматного раствора молярной концентрации $c(1/6\ KBrO_3)$= 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.);

V_2 – объем раствора серноватистокислого натрия молярной концентрации $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O)$ = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), израсходованный на титрование;

K_2 – коэффициент поправки раствора серноватистокислого натрия молярной концентрации $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O)$ = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.);

0,008 – масса брома, соответствующая 1 см^3 бромид-броматного раствора молярной концентрации $c(1/6\ KBrO_3)$= 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), г;

25 — объем бутилового спирта, взятый для определения, см^3;

ρ — плотность бутилового спирта, определяемая по ГОСТ 18995.1, г/см^3.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 10 % от среднего результата определяемого значения при доверительной вероятности P=0,95.

7.7 Определение массовой доли карбонильных соединений в пересчете на масляный альдегид

Метод заключается в реакции присутствующих в анализируемой пробе альдегидов и кетонов с гидрохлоридом гидроксиламина, в результате которой образуется оксим и соляная кислота, массовую долю которой определяют потенциометрическим титрованием.

7.7.1 Оборудование, посуда, реактивы и растворы

pH-метр лабораторный.

Электроды каломельный или хлорсеребряный и стеклянный.

Мешалка магнитная.

Стакан В-1(2)-100 ТС по ГОСТ 25336.

Пипетки 2(2а)-1-25, 2(2а)-1-50 по ГОСТ 29169.

Бюретка 1-3-2-10-0,05 или 1-3-2-5-0,02 по ГОСТ 29251 или поверенные бюретки импортного производства, обеспечивающие точность измерения.

Колбы 1-1000-2 или 2-1000-2 по ГОСТ 1770.

Растворы буферные с pH 1,6 – 4.1; готовят по ГОСТ 4919.2.

Спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456, спиртовой раствор; готовят следующим образом: 7 г гидрохлорида гидроксиламина растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды и доводят объем раствора этиловым спиртом до 1 $дм^3$.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор молярной концентрации с(NaOH)=0,1 моль/$дм^3$ (0,1н.); готовят по ГОСТ 25794.1. Коэффициент поправки устанавливают по ГОСТ 25794.1.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается использовать автоматический титратор, обеспечивающий правильность проведения испытаний и точность измерения результатов.

7.7.2 Проведение анализа

В стакан помещают пипеткой 50 $см^3$ раствора гидрохлорида гидроксиламина, перемешивают магнитной мешалкой и измеряют исходное значение pH.

Правильность показания pH-метра проверяют периодически по буферным растворам с известным pH.

Затем в стакан прибавляют 25 $см^3$ бутилового спирта, pH содержимого стакана при этом уменьшается. Содержимое стакана выдерживают в течение 20 мин при постоянном перемешивании магнитной мешалкой, после чего оттитровывают из бюретки раствором гидроокиси натрия до исходного pH, устойчивого в течение 1 мин.

7.7.3 Обработка результатов

Массовую долю карбонильных соединений в пересчете на масляный альдегид X_4, %, вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{V_3 K_3 0{,}0072 \cdot 100}{25 \rho}, \qquad (6)$$

где V_3 – объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c(NaOH) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.), израсходованный на титрование, $см^3$;

K_3 – поправочный коэффициент раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c(NaOH) = = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.);

0,0072 — масса масляного альдегида, соответствующая 1 $см^3$ раствора гидроокиси натрия молярной концентрации точно c(NaOH) = 0,1 моль/$дм^3$, г/$см^3$;

25 — объем бутилового спирта, взятый для определения, $см^3$;

ρ — плотность бутилового спирта, определяемая ГОСТ 18995.1, г/$см^3$.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 10 % от среднего результата определяемого значения при доверительной вероятности P=0,95.

7.8 Определение массовой доли нелетучего остатка

7.8.1 Оборудование и посуда

Чашка выпарительная фарфоровая по ГОСТ 9147.

Пипетка 2(2а)-2-100 по ГОСТ 29169.

Баня водяная.

Шкаф сушильный.

Весы лабораторные высокого класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

7.8.2 Проведение анализа

100 см^3 бутилового спирта пипеткой помещают в сухую чистую выпарительную чашку, доведенную до постоянной массы и взвешенную (результат взвешивания в граммах записывают с точностью до четвертого десятичного знака), и выпаривают досуха на водяной бане в вытяжном шкафу.

Остаток сушат в сушильном шкафу при 100°С —105 °С до постоянной массы.

7.8.3 Обработка результатов

Массовую долю нелетучего остатка X_5, %, вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{(m - m_1)100}{\rho 100}, \quad (7)$$

где m — масса чашки с нелетучим остатком, г;

m_1 — масса чашки, г;

ρ — плотность бутилового спирта, определяемая по ГОСТ 18995.1, г/см^3.

За результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух значений параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 10 % от среднего результата определяемого значения при доверительной вероятности P=0,95.

7.9 Определение массовой доли воды

Массовую долю воды определяют по ГОСТ 14870 (радел 2) методом с реактивом Фишера или с использованием автоматического титратора для определения массовой доли влаги по методу Карла Фишера.

8 Транспортирование и хранение

8.1 Бутиловый спирт транспортируют в железнодорожных цистернах с верхним и нижним сливами, специализированных контейнерах-цистернах [3], автоцистернах.

Загрузочный люк цистерны закрывают крышкой с уплотнительной прокладкой и пломбируют металлической пломбой по ГОСТ 18677.

8.2 Бочки с бутиловым спиртом транспортируют железнодорожным или автомобильным транспортом, в крытых транспортных средствах с соблюдением правил перевозки опасных грузов, действующих на каждом виде транспорта.

8.3 По согласованию с потребителем допускается транспортирование продукта пакетами в соответствии с требованиями ГОСТ 21650.

8.4 Бутиловый спирт хранят в специально оборудованных металлических резервуарах или бочках в крытых складских помещениях, под навесом или на складской площадке с соблюдением действующих правил хранения огнеопасных веществ.

9 Гарантии изготовителя

9.1 Изготовитель гарантирует соответствие бутилового спирта требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий транспортирования и хранения.

9.2 Гарантийный срок хранения — три года со дня изготовления.

Приложение А
(справочное)

Перечень нормативных документов, действующих в Российской Федерации

1 Гигиенические нормативы ГН 2.2.5.1313-03	Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны
2 Гигиенические нормативы ГН 2.1.5.1315-03	Предельно допустимые концентрации (ПДК) химических веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования

3 Нормативы качества воды водных объектов рыбохозяйственного значения, в том числе нормативы предельно допустимых концентраций вредных веществ в водах водных объектах рыбохозяйственного значения. Утв. Приказом Росрыболовства от 18.01.2010 № 20

4 Гигиенические нормативы ГН 2.1.6.1338-03	Предельно допустимые концентрации (ПДК) загрязняющих веществ в атмосферном воздухе населенных мест
5 Санитарные правила и нормы СанПиН 2.1.7.1322-03	Гигиенические требования к размещению и обезвреживанию отходов производства и потребления

6 Правила перевозок грузов автомобильным транспортом, утв. Постановлением Правительства Российской Федерации № 272 от 15.04.2011 г.

Библиография

[1] АСТМ Д 4052–11 Стандартный метод определения плотности, относительной плотности, плотности в градусах API жидкостей с помощью цифрового денситометра*

[2] Правила перевозки опасных грузов по железным дорогам. Утв. Советом по железнодорожному транспорту государств – участников Содружества, Протокол от 05.04.1996 № 15 с изменениями и дополнениями от 23.11.2007, 30.05.2008, 22.05.2009; в ред. протоколов от 14.05.2010,от 21.10.2010

[3] Правила перевозки жидких грузов наливом в вагонах-цистернах и вагонах бункерного типа для перевозки нефтебитума. Утв. Советом по железнодорожному транспорту государств - участников Содружества, Протокол от 21-22 мая 2009 г № 50

* Официальный перевод этого стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

УДК 66.062.514:006.3 МКС 71.080.60

Ключевые слова: технический нормальный бутиловый спирт (н-бутанол), технические требования, тре-бования безопасности, маркировка, упаковка, методы анализа, транспортирование, хранение

Подписано в печать 01.09.2014. Формат 60х841/8.

Усл. печ. л. 2,33. Тираж 103 экз. Зак. 3238.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru